

乳化剂 EL-40 对高效氯氟氰菊酯微囊防控苗期棉蚜的调节作用



王爱萍¹ 曹海潮¹ 狄春香² 于少利³ 慕卫^{1,4*} 李北兴^{1,4*}

(1. 山东农业大学植物保护学院, 泰安 271018; 2. 山东省农村经济管理服务总站, 济南 250013; 3. 海阳市农业技术推广中心, 山东 海阳 265100; 4. 山东农业大学农药环境毒理研究中心, 泰安 271018)

摘要: 为探究乳化剂蓖麻油聚氧乙烯醚 EL-40 调控载药微囊释放性能的机制, 评价载药微囊对非靶标生物的急性毒性, 采用界面聚合法, 通过调节乳化剂 EL-40 用量 (0.5%、1.0% 和 2.0%) 制备释放性能不同的 2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂, 分别于棉蚜 *Aphis gossypii* 发生初期与盛期进行施药, 监测药剂处理后棉蚜与瓢虫的种群动态, 明确其对棉田棉蚜的控制效果, 并确定最佳施药时期。结果表明, 微囊制备过程中, 提高 EL-40 用量可降低囊壳致密度, 进而加快载药微囊活性成分释放, 当 EL-40 用量为 0.5%、1.0% 和 2.0% 时, 添加润湿剂 OP-10 后载药微囊在叶面上的 24 h 释放百分比分别为 18.02%、41.58% 和 63.84%。相对于乳油剂型, 微囊化显著提高了 2.5% 高效氯氟氰菊酯对斑马鱼 *Danio rerio* 与七星瓢虫 *Coccinella septempunctata* 的安全性, 且安全水平与微囊释放速率呈负相关, 其中, 含 0.5% EL-40 载药微囊的缓释性能最佳, 对两者的急性毒性分别为 270.55 $\mu\text{g/L}$ (LC_{50}) 与 0.73 mg/L (LR_{50})。相较于发生盛期施药, 在发生初期施药对棉蚜种群的控制效果更好, 且可避免对瓢虫种群造成伤害, 其中 2.0% EL-40 载药微囊对棉蚜的控制效果最佳, 施药后 14 d 棉蚜的校正虫口减退率为 72.90%。表明在棉花苗期棉蚜发生初期使用含 2.0% EL-40 的 2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的控制效果更好, 控制期更长。

关键词: 棉蚜; 高效氯氟氰菊酯; 微囊悬浮剂; 乳化剂; 控制效果

Regulation of emulsifier EL-40 on the control of cotton aphid *Aphis gossypii* at seedling stage with lambda-cyhalothrin microcapsules

Wang Aiping¹ Cao Haichao¹ Di Chunxiang² Yu Shaoli³ Mu Wei^{1,4*} Li Beixing^{1,4*}

(1. College of Plant Protection, Shandong Agricultural University, Tai'an 271018, Shandong Province, China; 2. The Rural Economy Management Main Station of Shandong Province, Jinan 250013, Shandong Province, China; 3. Haiyang Agricultural Technology Extension Center, Haiyang 265100, Shandong Province; 4. Research Center of Pesticide Environmental Toxicology, Shandong Agricultural University, Tai'an 271018, Shandong Province, China)

Abstract: In order to explore the role of emulsifier EL-40 in the release of pesticide-loaded microcapsules and evaluate its acute toxicity to non-target organisms, three capsule suspensions of 2.5% lambda-cyhalothrin microcapsules were prepared by adding 0.5%, 1.0% and 2.0% EL-40 through interfacial polymerization, and sprayed at the initial and the peak periods of cotton aphid *Aphis gossypii* population. The population dynamics of cotton aphids and ladybugs were monitored 0 day before and 1, 3, 7, and 14 days after treatments. The results showed that increasing content of EL-40 could reduce the compact-

基金项目: 国家自然科学基金 (32001953, 31772203), 山东省自然科学基金 (ZR2020QC138)

* 通信作者 (Authors for correspondence), E-mail: muwei@sdaa.edu.cn, beixingli@sdaa.edu.cn

收稿日期: 2021-05-07

ness of capsules and accelerate the release of active ingredients from the pesticide-loaded microcapsules. At 24 h after treatment, the release of lambda-cyhalothrin microcapsules on leaf surface were 18.02%, 41.58% and 63.84%, respectively, for capsule suspensions prepared with 0.5%, 1.0%, and 2.0% EL-40 and wetting agent OP-10. Compared with emulsifiable concentrate, microencapsulation could significantly reduce the acute toxicity of lambda-cyhalothrin to *Danio rerio* and *Coccinella septempunctata*, and the toxicity was positively correlated with the release speed of microcapsules. The acute toxicity of the capsule suspension prepared with 0.5% EL-40 (with the best sustained release profile) to *D. rerio* and *C. septempunctata* were 270.55 $\mu\text{g/L}$ (LC_{50}) and 0.73 mg/L (LR_{50}), respectively. Applying these pesticides at the initial period of cotton aphids yielded much better control efficacy and less damage on the population of ladybugs than that with the application at the peak period of cotton aphids. The capsule suspension prepared with 2.0% EL-40 had the best control efficacy with a corrected population reduction of 72.90% at the 14th day after treatment. These results indicated that the capsule suspension of lambda-cyhalothrin microcapsules prepared with 2.0% EL-40, showing a rapid release profile, had a better efficacy and longer control against cotton aphids at the initial period.

Key words: *Aphis gossypii*; lambda-cyhalothrin; capsule suspension; emulsifier; control efficacy

棉蚜 *Aphis gossypii* 属半翅目蚜科(Lv et al., 2021), 是一种世界性害虫, 在中国各棉区普遍发生。棉蚜通过刺吸式口器吸食嫩叶和幼茎的汁液, 导致棉花叶片卷曲皱缩、变黄(姜伟丽等, 2019), 并引起煤污病等多种病害(马妍等, 2020; Sayed et al., 2021)。棉蚜按为害时期分苗蚜、伏蚜和秋蚜3种, 其中苗蚜为害最严重。在黄河流域棉区, 棉蚜一般5月上旬迁入棉田, 5月下旬至6月上旬达到迁入高峰(Jiang et al., 2019), 此时, 棉苗幼嫩, 天敌种群数量较少, 且缺乏有效降水, 导致棉蚜迅速繁殖并扩散为害, 通常需进行化学防治(陈金翠等, 2016; 王芳等, 2021)。拟除虫菊酯类杀虫剂高效氯氟氰菊酯是防治棉蚜的常用药剂, 具有较高的触杀、击倒和胃毒作用(史梦竹等, 2014; 李芬等, 2020)。然而, 高效氯氟氰菊酯叶面喷施易降解, 且持效期较短(龚勇等, 2013), 通常需要进行多次施药以保证防治效果。另外, 该类药剂对瓢虫(袁文悦, 2020)、草蛉(Shan et al., 2020)和鱼类(王雅东等, 2016)等非靶标生物具有较高毒性, 在农田大量使用会造成较高的环境风险。

农药微囊化是延长农药持效期(Yang et al., 2014; 董瑜等, 2015; 蓝月等, 2017)、提高生物选择性的有效途径(Li et al., 2017; 2018)。但农药微囊应用效果的发挥由诸多要素决定, 其中载药微囊释放性能是影响其对有害生物防治效果的关键要素。根据有害生物发生规律、作物特性与气象环境因素, 对农药微囊释放性能进行调控是提升药剂应用效果、提高农药利用率的必要途径(Yu et al., 2017; Zhao et al., 2019; Luo et al., 2020)。本课题组前期研究表

明, 产业化水平较高的界面聚合法农药微囊制备技术(李北兴等, 2014), 可通过调节制备工艺、原料组分等要素, 实现微囊释放性能的调控(Hong & Park, 2000; Li et al., 2009; Polenz et al., 2014)。其中, 表面活性剂对载药微囊性能的调控作用尤为明显, 如两亲性较强的非离子乳化剂, 利用其对成囊界面结构与性能的调控功能及对囊壳的修饰作用, 可实现微囊的囊壳刚性、释放性能等多样化调控(Polenz et al., 2015)。

本研究以4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯为反应单体, 以蓖麻油聚氧乙烯醚EL-40为乳化剂, 通过界面聚合反应制备不同释放性能的2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂, 明确EL-40调控高效氯氟氰菊酯微囊释放动力学的机制, 并根据棉田苗蚜外部迁入、繁殖快、缺少天敌与气象因子限制的发生特点, 评价不同释放性能的高效氯氟氰菊酯微囊对棉田苗蚜的控制作用及对瓢虫种群的影响, 旨在为棉花苗蚜的科学防控及防治药剂的科学选择提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 材料

供试昆虫: 七星瓢虫 *Coccinella septempunctata* 采自山东农业大学试验田, 带回室内饲养, 待其产卵后收集卵粒, 在(25±1)℃、光周期16 L:8 D、相对湿度75%条件下进行培养, 幼虫孵化后每天补充蚕豆蚜 *Aphis craccivora* 若蚜, 保证食物供给, 取孵化后3~4 d的2龄幼虫供试。蚕豆蚜采自田间, 在温室内用蚕豆苗进行饲养。试验所用的蚕豆为大志蚕豆, 购自太谷县大志种业有限公司。将未拌药的蚕豆用

清水浸泡1 d,置于常温下保湿催芽1~2 d,待其均匀出芽2 cm左右后即可进行栽种,每棵蚕豆苗接蚕豆蚜雌成蚜3~4头,在温室内培养繁殖,保证蚜虫数量充足。

供试斑马鱼 *Danio rerio*:其成鱼购于上海嘉渔水族馆,于(26±1)℃、光周期14 L:10 D条件下饲养14 d,每天喂食1~2次,挑选体长均匀一致(3.0±0.2 cm)、健康活泼的个体供试,试验前24 h停止喂食。

供试棉花:棉花品种为鲁研棉29,由济南农研农化科技有限公司提供,种植在山东农业大学试验田,前茬作物为棉花,砂壤土,肥力水平中等。

供试药剂和试剂:95%高效氯氟氰菊酯(λ -cyhalothrin)原药,山东康乔生物科技有限公司;25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油,先正达南通作物保护有限公司;蓖麻油聚氧乙烯醚EL-40(工业级)、辛基酚聚氧乙烯醚OP-10(工业级),江苏海安石油化工有限公司;150#溶剂油(工业级),济南银润化工有限公司;4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯(4,4'-methylene diphenyl diisocyanate, MDI)(工业级),万华化学集团股份有限公司;木质素磺酸钠,美德维实伟克公司(中国);黄原胶(工业级),山东阜丰集团有限公司;其余试剂均为国产分析纯或色谱纯。

仪器:Phenom Pro 扫描电子显微镜,荷兰飞纳公司;TENSOR II 傅里叶变换红外光谱仪,德国布鲁克公司;TGA 55 热重分析仪,美国TA公司;DCAT 15 表面张力仪,德国DataPhysics Instruments GmbH公司;JC2000C2 接触角仪,上海中晨数字技术设备有限公司;Trace1300 TSQ8000Evo 气相色谱-串联质谱联用仪,美国Thermo公司;JJ-1 型数显测速电动搅拌器,常州国华电器有限公司;T18 型剪切分散机,德国IKA公司;LS-POP(6)激光粒度分析仪,珠海欧美克仪器有限公司。

1.2 方法

1.2.1 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的制备

采用界面聚合法制备2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂(Luo et al., 2018)。以制备100 g分别含0.5%、1.0%和2.0% EL-40的2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂为例,分别将2.63 g 高效氯氟氰菊酯原药、6 g 150#溶剂油与0.5 g MDI充分混合,完全溶解后得到油相;将1.2 g 木质素磺酸钠、EL-40(0.5、1.0、2.0 g)与去离子水(80.0、79.5、78.5 g)分别混合至完全溶解得到水相。将油相注入水相,高速均质剪切5 min,含0.5%、1.0%和2.0% EL-40的混合液剪切强度依次为18 000、16 000、13 000 r/min,最终形成粒

径分布一致的水包油型均一乳液。分别将乳液转移到具塞烧瓶中,70℃恒温水浴,100 r/min搅拌2 h,期间加入2 g 乙二醇和0.15 g 黄原胶,获得高效氯氟氰菊酯微囊。最后,向制剂中补入适量去离子水以保证高效氯氟氰菊酯含量为2.5%,即得含0.5%、1.0%、2.0% EL-40的3种2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂。另外,为提高药液在叶面的润湿展布性能,避免药液间润湿性能差异对其应用效果的影响,田间施用时需补入去离子水前加入4 g 润湿剂OP-10,同时为避免EL-40对其田间应用效果产生影响,需保证各药剂中EL-40的终浓度相同,即含0.5% EL-40微囊悬浮剂中再加入1.5 g EL-40,含1.0% EL-40微囊悬浮剂中再加入1.0 g EL-40。前期在水相中添加的EL-40用于囊壳性能调控,后期补加的EL-40作为乳化剂调控药剂的叶面展布性能,不会对前期成囊过程中EL-40的含量造成影响。

1.2.2 载药微囊的表征参数测定

对1.2.1制备的含0.5%、1.0%、2.0% EL-40的2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂中载药微囊的粒径分布、表面形貌、化学结构和热稳定性进行分析,所有试验均设3次技术重复。使用激光粒度分析仪测定3种2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂中载药微囊的粒径分布,并记录粒径分布中值 D_{50} 。将3种2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂分别稀释至50 mg (a.i.)/L,涂于硅片上,室温晾干24 h后使用扫描电子显微镜进行载药微囊表面形貌的观察,并选择典型视野拍摄其表面形貌图。分别将3种2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂使用去离子水稀释至50 mg (a.i.)/L,4 000 r/min条件下离心5 min获得沉淀,即载药微囊;再使用去离子水将沉淀重新悬浮并再次离心,重复操作3次;将载药微囊涂于玻璃板上,室温下晾干后,使用傅里叶变换红外光谱仪分别测定3种载药微囊、EL-40、MDI与高效氯氟氰菊酯原药的红外光谱,确定不同组分的特征峰,分析载药微囊的化学结构。使用热重分析仪测定3种载药微囊与高效氯氟氰菊酯原药的热重曲线,以20℃/min升温至500℃条件下测定,分析载药微囊的释放性能。

1.2.3 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的叶面性能测定

叶面润湿性能:使用去离子水将1.2.1制备的含不同EL-40用量和添加润湿剂OP-10的6种2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂与25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油均稀释至50 mg (a.i.)/L,备用。分别取20 μ L滴在成熟棉花叶片上,使用接触角测量仪测量各药液在叶片上的接触角;通过自动表面张力仪测定各药

液的表面张力,分别以清水和25 g/L高效氯氟氰菊酯乳油为空白对照和药剂对照。每个样品重复3次。

叶面释放性能与叶面沉积形貌:将50 mg (a.i.)/L添加润湿剂OP-10的含0.5%、1.0%、2.0% EL-40的2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂各取20 μ L分别沉积于成熟的棉花叶面上,每个样品重复4次,室温晾干24 h后,其中1组使用扫描电镜进行载药微囊叶面沉积形貌观察;剩余样品将沉积范围叶面剪下,使用2 mL正己烷进行药剂萃取10 min,预试验证明该条件下正己烷仅能萃取释放的药剂,对囊壳中的药剂几乎无萃取能力;使用氮吹仪将萃取液吹至近干,再用1 mL二氯甲烷漩涡溶解,过0.22 μ m滤膜后使用气相色谱-串联质谱联用仪进行检测,获得载药微囊于叶面上的药剂释放量,计算载药微囊的药剂释放百分比。气相色谱条件为进样口温度280 $^{\circ}$ C;采用程序升温,初始温度为100 $^{\circ}$ C保持1 min,以20 $^{\circ}$ C/min升至280 $^{\circ}$ C保持3.5 min。载气为高纯氮气($\geq 99.999\%$),流速1.2 mL/min。质谱条件为离子源温度300 $^{\circ}$ C;传输线温度280 $^{\circ}$ C;电离模式为电子轰击电离(EI);碰撞气为高纯氦气($\geq 99.999\%$);数据采集模式为分段多反应监测。

1.2.4 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对非靶标生物的毒性

参考OECD标准方法(OECD, 2019)测定3种2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对斑马鱼的急性毒性,以25 g/L高效氯氟氰菊酯乳油为对照药剂。经过预试验确定了各药剂浓度范围,含0.5% EL-40微囊悬浮剂浓度设为100、200、300、400、500 μ g/L,含1.0% EL-40微囊悬浮剂浓度设为50、100、150、200、250 μ g/L,含2.0% EL-40微囊悬浮剂浓度设为20、40、60、80、100 μ g/L,25 g/L高效氯氟氰菊酯乳油浓度设为0.3、0.6、0.9、1.2、1.5 μ g/L。选取10条健康无病、大小一致的斑马鱼,暴露于不同浓度的药液中。以清水处理作空白对照,每处理3次重复。96 h后观察记录斑马鱼的死亡情况,计算不同药剂对斑马鱼的 LC_{50} 与 LC_{90} 及其95%置信区间。同时以毒性最高的25 g/L高效氯氟氰菊酯乳油为基准药剂,计算其他药剂的安全性指数。安全性指数=测试药剂 LC_{50} /基准药剂 LC_{50} 。

采用指形管药膜法(NY/T 3088—2017 化学农药:天敌(瓢虫)急性接触毒性试验准则)测定3种2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对七星瓢虫的急性毒性,以25 g/L高效氯氟氰菊酯乳油为对照药剂。根据预试验结果,称取一定量的药剂用水溶解,等比稀释成不同浓度,含0.5% EL-40微囊悬浮剂浓度设

为0.3、0.6、0.9、1.2、1.5 mg/L,含1.0% EL-40微囊悬浮剂浓度设为0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg/L,含2.0% EL-40微囊悬浮剂浓度设为0.1、0.15、0.2、0.25、0.3 mg/L,25 g/L高效氯氟氰菊酯乳油浓度设为0.02、0.04、0.06、0.08、0.1 mg/L。取0.5 mL药液均匀施于高12 cm、底面直径1.5 cm的玻璃管表面,放到小型滚管机上滚干。挑取健康的七星瓢虫2龄幼虫作为供试昆虫,每管接入1头七星瓢虫幼虫以及10头蚕豆蚜,用纱布封口后放在(25 $\pm$ 1) $^{\circ}$ C、光周期16 L:8 D、相对湿度75%的培养箱中。设置清水处理为空白对照。每个浓度处理3次重复,每个重复20头七星瓢虫。每天接入新鲜蚕豆蚜时要清理掉管内排泄物及蚕豆蚜残骸,保证试虫和药膜充分接触。分别于24、48、96 h后检查七星瓢虫的死亡情况,计算不同药剂对七星瓢虫的 LR_{50} 、 LR_{90} 及其95%置信区间和安全性指数,评价药剂对天敌昆虫七星瓢虫的毒性。以虫体僵直,用毛刷轻触多次仍不动者视为死亡。

1.2.5 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的田间药效试验

于2020年5月15日—6月12日在山东省泰安市泰山区山东农业大学试验基地,利用1.2.1制备的添加润湿剂OP-10的含不同用量EL-40的2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对棉花苗期蚜虫开展田间防治试验。棉花品种为鲁研棉29(未进行药剂包衣),于2020年4月20日播种,采用宽窄行覆膜种植,播种沟深度5 cm,宽行间距80 cm,窄行间距60 cm,株间距20 cm,每穴3粒种子,在棉蚜发生初期(播种后25 d)与盛期(播种后40 d)进行田间药效试验。试验共设5个处理,每个处理3次重复,每个重复1个小区,小区大小为8 m $\times$ 5 m,小区间设有保护行,其中处理药剂为添加润湿剂OP-10的含0.5%、1.0%和2.0% EL-40的2.5%高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂,对照药剂为25 g/L高效氯氟氰菊酯乳油,浓度均设为7.5 g (a. i.)/hm 2 ,以喷洒清水处理作为空白对照。分别于5月15日(棉蚜发生初期)与5月30日(棉蚜发生盛期)施药1次,以评价药剂对低虫口密度和高虫口密度棉蚜种群的控制作用及对瓢虫种群的影响。5月15日试验共进行5次棉蚜虫口密度调查,分别于施药前(0 d)、施药后1、3、7、14 d进行调查;5月30日试验共进行4次棉蚜虫口密度调查,分别于施药前(0 d)、施药后1、3、7 d进行调查。使用五点取样法进行调查,每点3株棉苗,统计全株的棉蚜与瓢虫(包括成虫与幼虫)数量,绘制两者的种群动态图,并计算各处理中棉蚜与瓢虫的校正虫口减退率。虫口减退率=(施药前虫数-施药后虫数)/施药前虫数 $\times$

100%;校正虫口减退率=(施药区虫口减退率×空白对照区虫口减退率)/(1-空白对照区虫口减退率)×100%。

1.3 数据分析

采用SPSS 16.0软件对数据进行统计分析,应用Duncan氏新复极差法进行差异显著性检验。

2 结果与分析

2.1 载药微囊的形貌与粒径

将载药微囊沉积于硅片上,随着EL-40用量增加,载药微囊的形变程度明显提高,含0.5% EL-40的载药微囊为球形,仅少部分微囊出现囊壁凹陷(图

1-A);含1.0% EL-40的载药微囊虽仍为球形,但其囊壳形变程度要明显高于前者(图1-B);含2.0% EL-40的载药微囊则出现了严重塌陷(图1-C)。对载药微囊进行粒径分布测定,含0.5% EL-40(图1-D)、1.0% EL-40(图1-E)和2.0% EL-40的载药微囊(图1-F)的粒径中值 D_{50} 分别为3.00、2.87和2.77 μm ,三者无显著差异。因此,采用界面聚合法制备高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的过程中,通过工艺调节,添加不同用量的EL-40可制备粒径相近并具有不同形变性能的载药微囊,且微囊沉积后的形变程度随EL-40用量提高而提高。

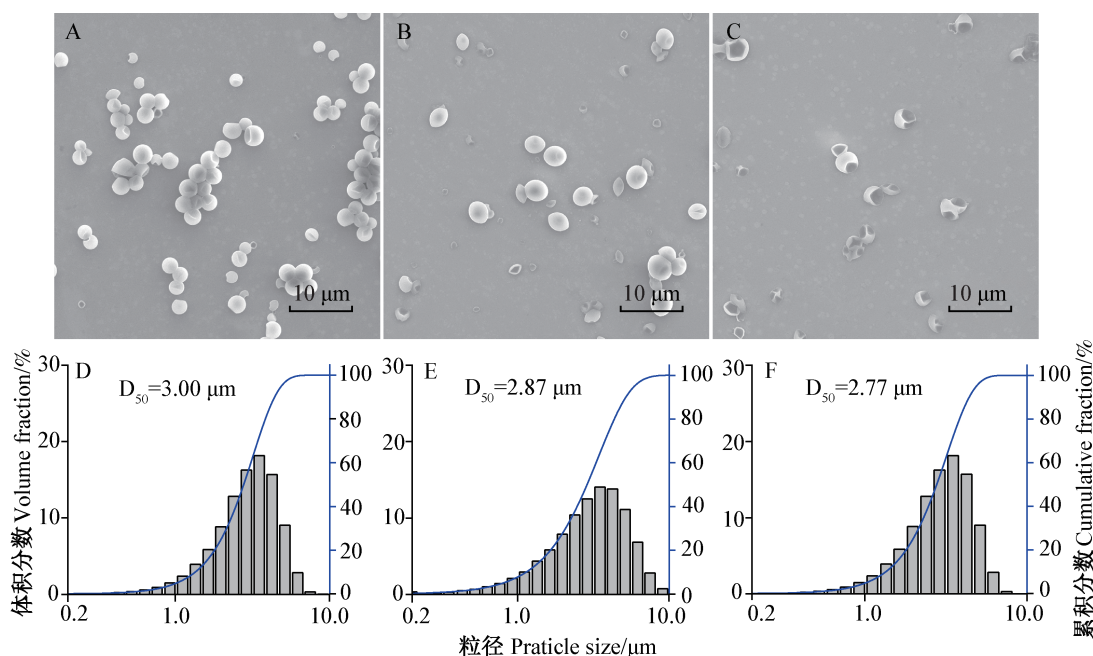


图1 含0.5%(A、D)、1.0%(B、E)和2.0%(C、F)EL-40高效氯氟氰菊酯微囊在硅片上的沉积形貌和粒径分布

Fig. 1 The morphology of lambda-cyhalothrin microcapsules prepared with 0.5% (A, D), 1.0% (B, E) and 2.0% EL-40 (C, F) after deposition on silicon wafer and their particle size distribution

2.2 载药微囊的化学结构分析

不同EL-40用量的3种高效氯氟氰菊酯微囊的红外光谱基本一致(图2-A),相较于MDI的谱图(图2-B),在2 281 cm^{-1} 附近异氰基(-CNO)的吸收峰明显减弱,表明油相单体MDI已参与界面聚合成囊反应;在1 660~1 740 cm^{-1} 区间出现羰基的复合峰,推测分别属于酯键、聚氨酯与聚脲。首先,微囊负载的高效氯氟氰菊酯,其酯键中羰基的吸收峰位于1 720 cm^{-1} 处(图2-B);其次,EL-40为非离子型乳化剂,具有较强的油水两亲性,可以通过非共价结合存在于囊壳中,其酯键羰基的吸收峰位于1 734 cm^{-1} 处(图2-B);最后,根据MDI反应特性,既可与多羟基化合物反应形成聚氨酯,其羰基吸收峰主要位于1 710~1 740 cm^{-1} ;又可与水形成聚脲,其羰基吸收

峰主要位于1 660~1 690 cm^{-1} 。EL-40分子含有3个羟基(-OH),可与MDI反应生成聚氨酯;同时过量的MDI与水形成聚脲,两者共同构成囊壳的主要组分。因此,提高该微囊制备体系中EL-40用量可增加囊壳中聚氨酯及非共价结合的EL-40含量,进而影响囊壳性能。

根据3种载药微囊的热重曲线可知(图3),三者的囊壳对高效氯氟氰菊酯均有热保护作用,可延缓其挥发,且随EL-40用量提高,囊壳的保护作用明显减弱。根据微囊的化学组分分析,EL-40用量高的囊壳中含有更多共价与非共价结合的EL-40,其分子量较大,在囊壳中起到强空间位阻作用,可降低囊壳的致密性,因此,随EL-40用量增加,载药微囊的热稳定性降低,形变性能提升。

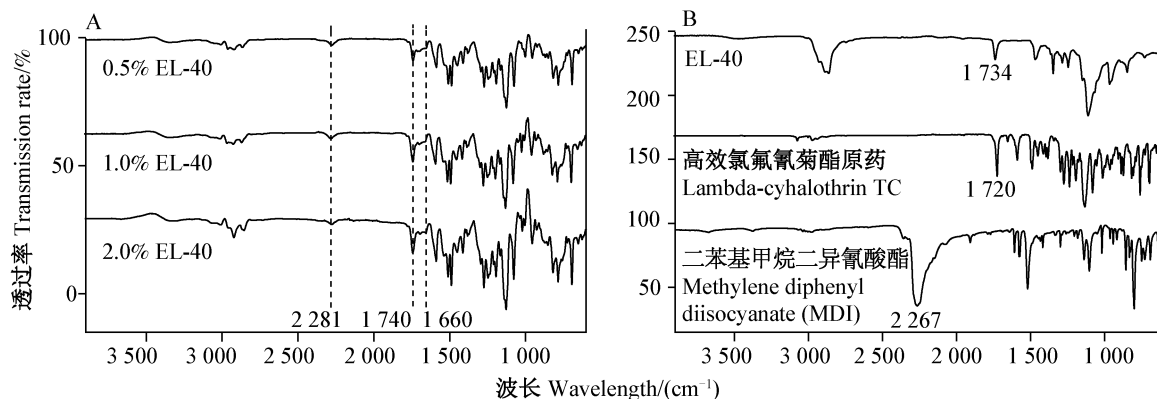


图2 含不同用量EL-40高效氯氟氰菊酯微囊(A)和部分制备原料(B)的傅里叶变换红外光谱

Fig. 2 Infrared transmission rate of lambda-cyhalothrin microcapsules with different contents of EL-40 (A) and some raw materials (B)

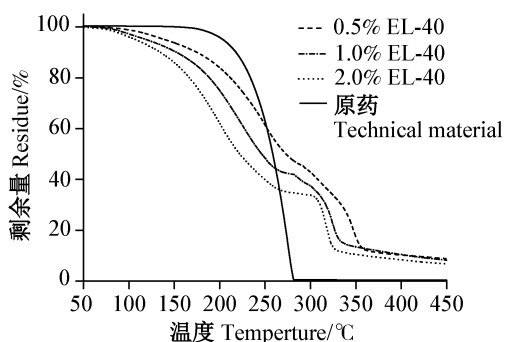


图3 含不同用量EL-40高效氯氟氰菊酯微囊及原药的热重曲线

Fig. 3 Thermogravimetric curves of lambda-cyhalothrin microcapsules with different contents of EL-40 and its technical material

2.3 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的叶面性能

2.3.1 表面张力与接触角

含0.5%、1.0%和2.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯

微囊悬浮剂稀释至 50 mg (a.i.)/L 后,其表面张力分别为 56.24、50.39 和 47.14 mN/m (图 4-A),在棉花叶面的接触角分别为 70.00°、65.07° 和 62.10° (图 4-B),易流失,不能满足田间施用需求,因此于载药微囊固化完成后需通过添加润湿剂 OP-10 来提高药液的润湿性能。含 0.5%、1.0% 和 2.0% EL-40 的高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂添加润湿剂 OP-10 并分别稀释至 50 mg (a.i.)/L 后,表面张力分别为 35.53、36.20 和 37.31 mN/m,三者较空白对照和未添加润湿剂药液的表面张力显著降低,但均显著低于对照药剂 25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油的表面张力 (图 4-A)。虽然添加润湿剂的含不同用量 EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的表面张力差异显著,但三者与空白对照和未添加润湿剂药液在棉花叶片上的接触角无显著差异 (图 4-B),表明添加润湿剂后 3 种含不同用量 EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对棉花叶面的润湿性能相当。

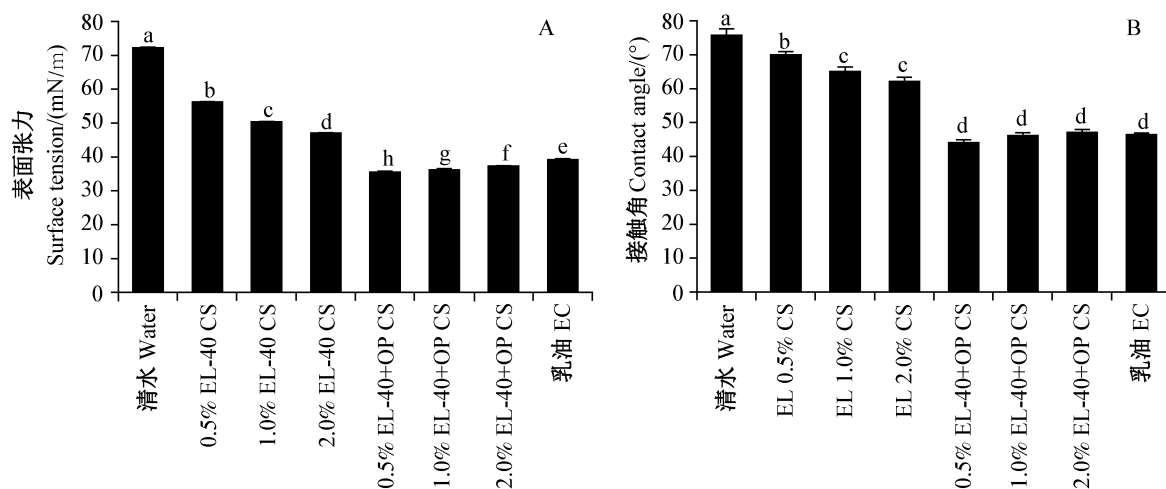


图4 不同用量EL-40的2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂及添加润湿剂OP-10后的表面张力和在棉花叶面上的接触角

Fig. 4 Surface tension and contact angle on cotton leaves of various 2.5% lambda-cyhalothrin capsule suspensions (CS) prepared with EL-40 and addition of wetting agent OP-10

图中数据为平均数±标准误。不同小写字母表示经Duncan氏新复极差法检验在 $P < 0.05$ 水平差异显著。Data are mean ± SE. Different lowercase letters indicate significant difference at $P < 0.05$ level by Duncan's new multiple range test.

2.3.2 叶面沉积形貌与初始释放

随着 EL-40 用量的提高,载药微囊的凹陷程度和塌陷比例明显提高,各处理微囊在棉花叶面上的沉积形貌特征与其在硅片上的沉积形貌一致,添加 OP-10 的含 0.5% EL-40 的载药微囊大部分为球形(图 5-A),添加 OP-10 的含 1.0% EL-40 载药微囊虽仍为球形,但囊壁凹陷和塌陷程度高于前者(图 5-B);载药微囊凹陷程度和塌陷程度最高的是添加 OP-10 的含 2.0% EL-40 载药微囊(图 5-C)。之后对叶面上药剂的释放量进行检测,发现添加 OP-10 的含 2.0% EL-40 载药微囊在施用 24 h 后药剂的释放百分比最高,为 63.84%,表明其速释性能最强;而添加 OP-10 的含 1.0% EL-40 和 0.5% EL-40 载药微囊中药剂的释放百分比分别为 41.58% 和 18.02%。表明 EL-40 可以通过降低囊壳的致密程度,提高载药

微囊的释放性能,进而改变其沉积形貌。
2.4 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对非靶标生物的安全性
2.4.1 对斑马鱼的急性毒性

不同 EL-40 用量的高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对斑马鱼的急性毒性与其释放性能呈负相关,含 2.0% EL-40 微囊悬浮剂中药剂的释放速率最快,对斑马鱼的 LC_{50} 为 42.17 $\mu\text{g/L}$,安全性指数最低,为 51.93;含 0.5% EL-40 微囊悬浮剂中药剂的释放速率最慢,对斑马鱼的 LC_{50} 最大,为 270.55 $\mu\text{g/L}$,安全性指数为 333.20;含 1.0% EL-40 微囊悬浮剂对斑马鱼的 LC_{50} 为 109.68 $\mu\text{g/L}$,安全性指数为 135.07(表 1)。虽然本研究制备的 3 种 2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对斑马鱼的急性毒性均显著低于 25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油(LC_{50} 为 0.81 $\mu\text{g/L}$),但其毒性仍属于剧毒或高毒水平。

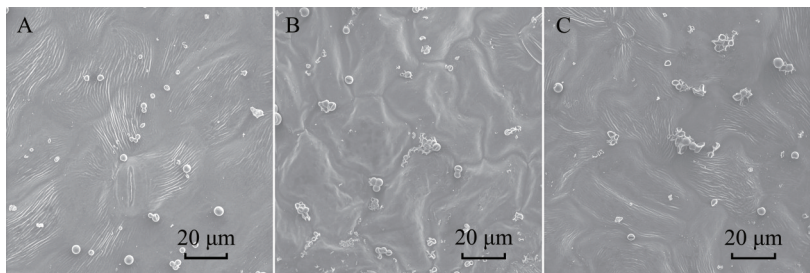


图 5 添加润湿剂 OP-10 的含 0.5%(A)、1.0%(B)和 2.0%(C)EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊施用 24 h 后在叶面的沉积形貌
Fig. 5 Morphology of lambda-cyhalothrin microcapsules prepared with 0.5% (A), 1.0% (B) and 2.0% EL-40 (C) and addition of wetting agent OP-10 after 24 h deposition on leaf surface

表 1 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对斑马鱼的急性毒性

Table 1 Acute toxicity of lambda-cyhalothrin capsule suspensions to *Danio rerio*

处理 Treatment	EL-40 含量 Content of EL-40/%	$LC_{50}/(\mu\text{g/L})$	95% 置信区间 95% confidence intervals/ $(\mu\text{g/L})$	$LC_{90}/(\mu\text{g/L})$	95% 置信区间 95% confidence intervals/ $(\mu\text{g/L})$	安全性指数 Safety index
2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂	0.5	270.55	199.75–361.96	733.40	495.64–2 117.20	333.20
2.5% lambda-cyhalothrin capsule suspension	1.0	109.68	77.98–129.93	225.62	170.18–425.13	135.07
	2.0	42.17	23.98–59.43	94.44	65.39–321.96	51.93
25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油	0.0	0.81	0.60–1.09	2.20	1.49–6.35	1.00
25 g/L lambda-cyhalothrin EC						

2.4.2 对七星瓢虫的急性毒性

25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油对七星瓢虫有剧毒, LR_{50} 为 0.06 mg/L;微囊化显著降低了该药剂的毒性,不同 EL-40 用量的高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对七星瓢虫均表现为高毒,其毒性水平同样与载药微囊的释放速率呈负相关。其中,含 0.5% EL-40 的高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的安全性最高,其 LR_{50} 为 0.73 mg/L;含 1.0% EL-40 的次之, LR_{50} 为 0.27 mg/L;含 2.0% EL-40 的释放速率最快, LR_{50} 为 0.18 mg/L(表 2)。

2.5 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂田间应用效果评价
2.5.1 药剂对发生初期棉蚜种群的控制作用

发生初期施药前棉蚜的虫口密度为 20.20 头/株,施药后 1 d,各药剂处理的虫口密度均较清水对照降低,其中速释性能好的含 1.0% EL-40 和 2.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂处理的校正虫口减退率分别为 79.55% 和 89.82%,与 25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油处理(90.19%)无显著差异;而速释性能较差的含 0.5% EL-40 微囊悬浮剂处理的棉蚜校正虫口减退率为 53.51%,显著低于其他药剂处理。施药后 3 d,

各处理的虫口密度相较于施药后 1 d 均有所提高, 但处理间的差异显著性未发生改变。施药后 7 d, 含 2.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂处理的虫口密度最低, 为 3.29 头/株, 棉蚜校正虫口减退率最高, 达 92.07%, 显著高于其余药剂处理, 表明该载药微囊的持效期较长; 含 1.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂处理与 25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油处理无显著差异, 相较于前一次调查, 两者的蚜虫校正虫口减退率均明显下降; 含 0.5% EL-40 高效氯氟氰菊

酯微囊悬浮剂处理的校正虫口减退率略有提高, 表明该载药微囊中药剂已逐渐释放。施药后 14 d, 各药剂处理的校正虫口减退率明显降低, 其中含 2.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂处理的校正虫口减退率仍能达到 72.90%, 虽然虫口密度大幅度升高, 但仍显著低于清水对照(表 3)。表明针对棉花苗期处于发生初期的棉蚜种群进行防治, 速释性能好的含 2.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的控制效果更好, 控制期更长。

表 2 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对七星瓢虫的急性毒性

Table 2 Acute toxicity of lambda-cyhalothrin capsule suspensions to *Coccinella septempunctata*

处理 Treatment	EL-40 含量 Content of EL-40/%	LR ₅₀ /(mg/L)	95% 置信区间 95% confidence intervals/(mg/L)	LR ₉₀ /(mg/L)	95% 置信区间 95% confidence intervals/(mg/L)	安全性指数 Safety index
2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂	0.5	0.73	0.50-0.98	1.87	1.28-5.47	12.74
2.5% lambda-cyhalothrin capsule suspension	1.0	0.27	0.21-0.34	0.76	0.53-1.65	4.67
	2.0	0.18	0.17-0.19	0.32	0.29-0.37	3.07
25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油	0.0	0.06	0.05-0.06	0.13	0.01-0.16	1.00
25 g/L lambda-cyhalothrin EC						

表 3 棉蚜发生初期(播后 25 d)施用高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对棉蚜的控制效果

Table 3 Efficacy of lambda-cyhalothrin capsule suspensions against cotton aphids at the initial period of cotton aphid population (applied on the 25th day after sowing)

处理 Treatment	EL-40 用量 Content of EL-40/%	OP-10 用量 Content of OP-10/g	棉蚜校正虫口减退率 Corrected decline rate of cotton aphid/%			
			药后 1 d 1 d after treatment	药后 3 d 3 d after treatment	药后 7 d 7 d after treatment	药后 14 d 14 d after treatment
2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂	0.5	4	53.51±6.55 b	50.45±7.06 b	55.25±8.52 c	44.17±6.52 c
2.5% lambda-cyhalothrin capsule suspension	1.0	4	79.55±3.98 a	84.74±1.71 a	78.23±4.90 b	60.78±1.53 ab
	2.0	4	89.82±2.34 a	92.13±1.93 a	92.07±2.02 a	72.90±4.26 a
25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油	0.0	0	90.19±1.70 a	87.02±1.28 a	79.00±5.03 b	57.94±2.27 b
25 g/L lambda-cyhalothrin EC						

表中数据为平均数±标准误。同列数据后不同字母表示经 Duncan 氏新复极差法检验在 $P<0.05$ 水平差异显著。Data are mean±SE. Different letters in the same column indicate significant difference at $P<0.05$ level by Duncan's new multiple range test.

2.5.2 药剂对发生盛期棉蚜及瓢虫种群的影响

播种后 40 d 时, 棉田中的棉蚜种群进入盛发期, 施药前各处理的平均虫口密度为 112.49 头/株, 同时瓢虫种群已形成规模, 平均虫口密度为 1.41 头/株。施药后 1 d, 25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油与速释型含 2.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂处理的棉蚜校正虫口减退率分别为 77.11% 和 77.10%, 显著高于其余处理; 瓢虫校正虫口减退率分别为 95.55% 和 73.70%, 而含 1.0% EL-40 和 0.5% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂处理的瓢虫校正虫口减退率分别为 65.74% 和 33.47%, 表明将高效氯氟氰菊酯微囊化可显著降低其对田间瓢虫种群的不良影响, 且与载药微囊的速释速率呈负相关。施药后 3 d, 25 g/L

高效氯氟氰菊酯乳油与速释型含 2.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂处理的棉蚜校正虫口减退率分别为 75.26% 和 75.98%, 显著高于其他处理, 释放最慢的含 0.5% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂的棉蚜校正虫口减退率仅为 38.78%, 表明其药剂释放量无法实现棉蚜种群的有效控制。施药后 7 d, 仅含 2.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂处理的棉蚜校正虫口减退率显著高于 25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油处理, 为 71.57%(表 4)。在棉蚜发生盛期进行施药, 相较于发生初期施药, 所有高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂处理对棉蚜的控制效果均下降, 且对瓢虫种群具有不良影响, 表明于棉蚜发生初期施药效果更好。

表 4 棉蚜发生盛期(播后 40 d)施用高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对棉蚜与瓢虫种群的影响

Table 4 Effects of lambda-cyhalothrin capsule suspensions on cotton aphid and ladybugs populations at the peak period of cotton aphid population (applied on the 40th day after sowing)

处理 Treatment	EL-40	OP-10	棉蚜校正虫口减退率			瓢虫校正虫口减退率		
	用量	用量	Correction decline rate of cotton aphid/%			Correction decline rate of ladybugs/%		
	Content	Content	药后 1 d	药后 3 d	药后 7 d	药后 1 d	药后 3 d	药后 7 d
	of	of	1 d after	3 d after	7 d after	1 d after	3 d after	7 d after
	EL-40/%	OP-10/g	treatment	treatment	treatment	treatment	treatment	treatment
2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂	0.5	4	61.19±3.86 b	38.78±1.70 c	27.01±1.63 d	33.47±3.06 c	58.15±4.43 c	51.82±4.69 c
2.5% lambda-cyhalothrin capsule suspension	1.0	4	65.00±1.92 b	57.16±2.75 b	43.83±3.99 c	65.74±1.11 b	78.34±3.22 b	73.36±0.76 b
	2.0	4	77.10±1.81 a	75.98±2.30 a	71.57±2.61 a	73.70±2.86 b	73.89±2.80 b	74.75±5.54 b
25 g/L 高效氯氟氰菊酯乳油	0.0	0	77.11±2.86 a	75.26±1.37 a	58.52±0.91 b	95.55±1.79 a	96.79±1.79 a	92.28±2.23 a
25 g/L lambda-cyhalothrin EC								

表中数据为平均数±标准误。同列数据后不同字母表示经 Duncan 氏新复极差法检验在 $P<0.05$ 水平差异显著。Data are mean±SE. Different letters in the same column indicate significant difference at $P<0.05$ level by Duncan's new multiple range test.

3 讨论

近年来,以微囊悬浮剂为代表的农药缓释剂型在我国被大量登记(王安琪等,2018),其中叶面喷雾使用的相关产品存在田间应用效果不稳定的问题。Zhang et al. (2018a) 研究发现该类农药微囊制剂的释放性能与防治需求不匹配是导致其防效不理想的重要因素。农药微囊的控释研究一直是行业内的热点,通过控制载药微囊粒径分布、改变壁材用量等均可实现载药微囊释放性能的调控(Luo et al., 2018; Zhang et al., 2018b)。本研究前期预试验发现在界面聚合法农药微囊制备体系中通过改变乳化剂用量,对载药微囊的性能,尤其是对释放性能具有明显调控作用。本研究选用蓖麻油聚氧乙烯醚 EL-40 为乳化剂,以 MDI 为反应单体,制备了 3 种 EL-40 用量 (0.5%、1.0% 和 2.0%) 的 2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂,通过对载药微囊的叶面沉积形貌观察与药剂释放量测定,发现提高 EL-40 用量可显著提升微囊的速释性;通过对载药微囊的结构分析与热稳定性评价发现 EL-40 参与了囊壳形成,推测通过分子间的空间位阻作用降低了囊壳的致密度,进而提升了载药微囊的释放性能,但目前由于技术手段的局限性与 EL-40 官能团的特殊性,仍无法确定其在囊壳中的主要结合方式与比例。蓖麻油聚氧乙烯醚属于非离子表面活性剂,通过调节亲水基团——聚氧乙烯醚链的分子量,可以对其亲水亲油平衡值进行调控,如 EL-30、EL-60、EL-80 等。蓖麻油聚氧乙烯醚分子亲水亲油平衡值差异会影响其在油水界面的聚集行为与排列结构。因此,具不同亲水亲油平衡值的蓖麻油聚氧乙烯醚对微囊的性能是否存在调控

作用仍需要进一步探究。另外,非离子表面活性剂,如烷基酚聚氧乙烯醚、脂肪醇聚氧乙烯醚、丙二醇聚氧醚共嵌段等,是否具有相同的微囊性能调控作用及其相关调控机制同样具有深入研究的价值。

高效氯氟氰菊酯作为高生物活性的广谱性杀虫剂,在喷雾施用时对天敌昆虫、水生生物,如瓢虫、斑马鱼等非靶标生物具有较高风险(王雅东等,2016; 袁文悦,2020)。通过农药微囊化可显著降低药剂对非靶标生物的毒性(Li et al., 2018)。本研究结果显示,不同 EL-40 用量的高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂均显著提高了药剂对斑马鱼和七星瓢虫的安全性,同时其安全性水平与载药微囊释放速率呈负相关。因此,如何通过调控农药微囊的性能,尤其是释放性能,实现药剂对有害生物的控制作用与对非靶标生物的安全性的双赢,是农药微囊相关缓释剂型研发的重要方向之一,也是环境保护的必要需求。

在有害生物防治过程中,施药时期是保证防治效果的关键,对于施药时期的确定需要从有害生物发生水平、作物生长阶段、环境条件等诸多方面进行综合考虑(Jiang et al., 2019)。棉蚜为 R 型害虫,繁殖能力极强;在棉花苗期,植株幼嫩,补偿作用较弱,棉蚜对其为害明显;在华北棉区,棉花苗期(4 月下旬至 6 月上旬)降水偏少,缺乏控制棉蚜的气象因素。因此,棉花苗蚜的种群水平是施药时期确定的重要依据。本试验分别选择了棉蚜的发生初期(播种后 25 d)与盛期(播种后 40 d)进行田间药效试验,以评价不同 EL-40 用量的 2.5% 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对棉蚜种群的控制效果,并监测药剂处理对瓢虫种群的影响。相较于在棉田棉蚜发生盛期施药,在棉田苗期棉蚜发生初期,虫口密度较低,瓢虫等天

敌昆虫未迁入棉田时进行施药,对棉蚜种群具有更好的控制效果、更长的持效期,且不需考虑药剂对天敌昆虫种群的不利影响。其中,速释性好的含2.0% EL-40 高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂对棉蚜的控制效果最佳,显著优于传统的高效氯氟氰菊酯乳油剂型,且在一定程度上可降低药剂对瓢虫种群的不良影响。农药微囊悬浮剂素以缓释、持效见长,但在叶面喷雾防治棉蚜的过程中,缓释型高效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂却未表现出持久的控制效果,推测是由于其药剂的初始释放量不足导致。在实际生产中,叶部有害生物的防控具有滞后性,即当有害生物种群已发展至一定规模后再采取防治措施,这就对药剂的初始剂量需求较高,如果缓释型载药微囊的初始释放量不足,则无法在短时间内压低有害生物基数。另外,在有害生物发生前,使用缓释性农药微囊进行预防性施药,能否为作物提供持续保护需要进一步验证。

综合田间药效试验结果,在棉蚜发生初期使用速释性高的效氯氟氰菊酯微囊悬浮剂进行防治,更符合科学用药、提高农药利用率、降低农药负作用的客观需求;不建议于棉蚜发生盛期进行施药,该时期棉蚜种群基数大,且瓢虫种群已开始建立,相关药剂不仅无法对棉蚜进行持久控制,且对瓢虫具有较高负面影响。

参 考 文 献 (References)

- Chen JC, Wang ZH, Jin GH, Sun YY, Zhang T, Wei SJ, Gong YJ. 2016. Toxicity and field control efficacy of six pesticides against the melon aphid *Aphis gossypii* Glover (Hemiptera: Aphididae). *Plant Protection*, 42(5): 230–233, 253 (in Chinese) [陈金翠, 王泽华, 金桂华, 孙艳艳, 张涛, 魏书军, 宫亚军. 2016. 6种农药对瓜蚜的毒力测定及田间药效. *植物保护*, 42(5): 230–233, 253]
- Dong Y, Tian H, Feng C, Yuan HZ, Zhang CS, Kong FY. 2015. Preparation of 15% metalaxyl sustained-release microcapsules and the control efficacy to tobacco black shank. *Journal of Plant Protection*, 42(3): 396–403 (in Chinese) [董瑜, 田华, 冯超, 袁会珠, 张成省, 孔凡玉. 2015. 15% 甲霜灵微胶囊缓释剂制备及对烟草黑胫病的防治效果. *植物保护学报*, 42(3): 396–403]
- Gong Y, Zhang W, Li XP, Guo BY. 2013. The investigation on lambda-cyhalothrin dissipation under field conditions. *Scientia Sinica Chimica*, 43(2): 226–233 (in Chinese) [龚勇, 张伟, 李晓鹏, 郭宝元. 2013. 高效氯氟氰菊酯在田间环境中的消解行为研究. *中国科学: 化学*, 43(2): 226–233]
- Hong K, Park S. 2000. Preparation of polyurea microcapsules containing ovalbumin. *Materials Chemistry and Physics*, 64(1): 20–24
- Jiang JG, Zhang ZQ, Lin J, Liu F, Mu W. 2019. The minimally effective dosages of nitenpyram and thiamethoxam seed treatments against aphids (*Aphis gossypii* Glover) and their potential exposure risks to honeybees (*Apis mellifera*). *Science of the Total Environment*, 666: 68–78
- Jiang WL, Ma YJ, Wang CY, Wang D, Song XP, Zhang ZX, Ma Y. 2019. The control effect of four insecticides on *Aphis gossypii* in three areas. *China Plant Protection*, 39(2): 75–78 (in Chinese) [姜伟丽, 马亚杰, 王春义, 王丹, 宋贤鹏, 张职显, 马艳. 2019. 4种杀虫剂对3个地区棉蚜的防治效果. *中国植保导刊*, 39(2): 75–78]
- Lan Y, Hu Y, Wang Y, Guo YZ, Zhao HK, He L, Qian K. 2017. Preparation of acetochlor microcapsules by interfacial polymerization and the environmental behavior and control efficacy. *Scientia Agricultura Sinica*, 50(14): 2739–2747 (in Chinese) [蓝月, 胡月, 王琰, 郭艳珍, 赵恒科, 何林, 钱坤. 2017. 界面聚合制备乙草胺微胶囊及其杂草控制效果和环境残留. *中国农业科学*, 50(14): 2739–2747]
- Li BX, Wang WC, Zhang XP, Zhang DX, Ren YP, Gao Y, Mu W, Liu F. 2017. Using coordination assembly as the microencapsulation strategy to promote the efficacy and environmental safety of pyraclostrobin. *Advanced Functional Materials*, 27(29): 1701841
- Li BX, Zhang DX, Zhang CG, Guan L, Wang K, Liu F. 2014. Research advances and application prospects of microencapsulation techniques in pesticide. *Chinese Journal of Pesticide Science*, 16(5): 483–496 (in Chinese) [李北兴, 张大侠, 张灿光, 管磊, 王凯, 刘峰. 2014. 微囊化技术研究进展及其在农药领域的应用. *农药学报*, 16(5): 483–496]
- Li F, Wang LK, Peng ZQ, Malhat F, Lü BQ, Wu SY. 2020. Toxicity of pyrethroid pesticides to fall armyworm *Spodoptera frugiperda* and its inducing properties of sodium ion channels. *Journal of Plant Protection*, 47(4): 884–890 (in Chinese) [李芬, 王力奎, 彭正强, Malhat F, 吕宝乾, 吴少英. 2020. 菊酯类药剂对草地贪夜蛾的毒力及对钠离子通道的诱导特性. *植物保护学报*, 47(4): 884–890]
- Li J, Hitchcock AP, Stöver HDH, Shirley I. 2009. A new approach to studying microcapsule wall growth mechanisms. *Macromolecules*, 42(7): 2428–2432
- Li MW, Xu WM, Hu DY, Song BA. 2018. Preparation and application of pyraclostrobin microcapsule formulations. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 553: 578–585
- Luo J, Huang XP, Jing TF, Zhang DX, Li BX, Liu F. 2018. Analysis of particle size regulating the insecticidal efficacy of phoxim polyurethane microcapsules on leaves. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 6(12): 17194–17203
- Luo J, Zhang DX, Jing TF, Liu G, Cao HC, Li BX, Hou YM, Liu F. 2020. Pyraclostrobin loaded lignin-modified nanocapsules: delivery efficiency enhancement in soil improved control efficacy on tomato *Fusarium* crown and root rot. *Chemical Engineering Journal*, 394: 124854
- Lv N, Ma KS, Li R, Liang PZ, Liang P, Gao XW. 2021. Sublethal and lethal effects of the imidacloprid on the metabolic characteristics based on high-throughput non-targeted metabolomics in *Aphis*

- gossypii* Glover. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 212: 111969
- Ma Y, Zhang S, Luo JY, Zhu XZ, Gao XK, Cui JJ. 2020. Regulation of free amino acid in cotton at the seedling stage by *Aphis gossypii* feeding. *Cotton Science*, 32(4): 360–369 (in Chinese) [马妍, 张帅, 雒珺瑜, 朱香镇, 高雪珂, 崔金杰. 2020. 棉蚜取食对苗期棉花游离氨基酸含量的影响. *棉花学报*, 32(4): 360–369]
- OECD. 2019. OECD guidelines for the testing of chemicals, Section 2: effects on biotic systems test no. 203: fish, acute toxicity test. Paris, France: Organization for Economic Cooperation and Development (OECD)
- Polenz I, Datta SS, Weitz DA. 2014. Controlling the morphology of polyurea microcapsules using microfluidics. *Langmuir*, 30(44): 13405–13410
- Polenz I, Weitz DA, Baret JC. 2015. Polyurea microcapsules in microfluidics: surfactant control of soft membranes. *Langmuir*, 31(3): 1127–1134
- Sayed S, Elarnaouty SA, Ali E. 2021. Suitability of five plant species extracts for their compatibility with indigenous *Beauveria bassiana* against *Aphis gossypii* Glov. (Hemiptera: Aphididae). *Egyptian Journal of Biological Pest Control*, 31(1): 1–8
- Shan YX, Zhu Y, Li JJ, Wang NM, Yu QT, Xue CB. 2020. Acute lethal and sublethal effects of four insecticides on the lacewing (*Chrysoperla sinica* Tjeder). *Chemosphere*, 250: 126321
- Shi MZ, Li JY, Fu JW, You Y, Lin T, Zheng LZ, Wei H. 2014. Safety evaluation of 8% lambda-cyhalothrin on environmental organisms. *Journal of Biosafety*, 23(1): 51–55 (in Chinese) [史梦竹, 李建宇, 傅建伟, 游泳, 林涛, 郑丽祯, 魏辉. 2014. 8% 高效氯氟氰菊酯微乳剂对环境生物的安全性评价. *生物安全学报*, 23(1): 51–55]
- Wang AQ, Wang Y, Wang CX, Cui B, Sun CJ, Zhao X, Zeng ZH, Yao JW, Liu GQ, Cui HX. 2018. Research progress on nanocapsules formulations of pesticides. *Journal of Agricultural Science and Technology*, 20(2): 10–18 (in Chinese) [王安琪, 王琰, 王春鑫, 崔博, 孙长娇, 赵翔, 曾章华, 姚俊伟, 刘国强, 崔海信. 2018. 农药纳米微囊化剂型研究进展. *中国农业科技导报*, 20(2): 10–18]
- Wang F, Chen JB, Liu BY, Niu H, Liu C, He J, Zhang R. 2021. Toxicity and field control efficacy of five insecticides against *Aphis gossypii* Glover. *Plant Protection*, 47(3): 294–298 (in Chinese) [王芳, 陈佳斌, 刘秉阳, 牛浩, 刘畅, 何嘉, 张蓉. 2021. 5 种药剂对枸杞棉蚜室内毒力及田间防效. *植物保护*, 47(3): 294–298]
- Wang YD, Li CX, Xia XM. 2016. Acute toxicity of three formulations of lambda-cyhalothrin to zebrafish. *Journal of Anhui Agricultural Sciences*, 44(5): 93–94, 106 (in Chinese) [王雅东, 李彩霞, 夏晓明. 2016. 不同剂型高效氯氟氰菊酯对斑马鱼的急性毒性评价. *安徽农业科学*, 44(5): 93–94, 106]
- Yang DB, Li GX, Yan XJ, Yuan HZ. 2014. Controlled release study on microencapsulated mixture of fipronil and chlorpyrifos for the management of white grubs (*Holotrichia parallela*) in peanuts (*Arachis hypogaea* L.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 62(44): 10632–10637
- Yu ML, Yao JW, Liang J, Zeng ZH, Cui B, Zhao X, Sun CJ, Wang Y, Liu GQ, Cui HX. 2017. Development of functionalized abamectin poly(lactic acid) nanoparticles with regulatable adhesion to enhance foliar retention. *RSC Advances*, 7(19): 11271–11280
- Yuan WY. 2020. Acute toxicity of three insecticides on *Coccinella septempunctata*. *World Pesticides*, 42(8): 51–54 (in Chinese) [袁文悦. 2020. 三种杀虫剂对七星瓢虫的急性毒性评价. *世界农药*, 42(8): 51–54]
- Zhang DX, Zhang XP, Luo J, Li BX, Wei Y, Liu F. 2018a. Causation analysis and improvement strategy for reduced pendimethalin herbicidal activity in the field after encapsulation in polyurea. *ACS Omega*, 3(1): 706–716
- Zhang XP, Luo J, Jing TF, Zhang DX, Li BX, Liu F. 2018b. Porous epoxy phenolic novolac resin polymer microcapsules: tunable release and bioactivity controlled by epoxy value. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 165: 165–171
- Zhao KF, Hu J, Ma Y, Wu TY, Gao YX, Du FP. 2019. Topology-regulated pesticide retention on plant leaves through concave Janus carriers. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 7(15): 13148–13156

(责任编辑:李美娟)